

## УНИВЕРСАЛЬНЫЙ ЗОНДОВЫЙ ДАТЧИК ДЛЯ СКАНИРУЮЩИХ НАНОТВЕРДОМЕРОВ

© 2013 г. К. В. Гоголинский, И. И. Маслеников\*, В. Н. Решетов\*\*, А. С. Усеинов\*\*\*

ООО «КЕЛЕГЕН»

Россия, 119313, Москва, Ленинский просп., 95

\*Московский физико-технический институт (государственный университет)

Россия, 141700, Долгопрудный Московской обл., Институтский пер., 9

\*\*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

Россия, 115409, Москва, Каширское ш., 31

\*\*\*Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов

Россия, 142190, Москва, Троицк, ул. Центральная, 7А

Поступила в редакцию 11.10.2012 г.

Описана конструкция и приведены результаты моделирования режимов работы универсального зондового датчика для сканирующего нанотвердомера — прибора, совмещающего функции сканирующего зондового микроскопа, нанотвердомера и трибометра. Предложена аналитическая модель автоколебательного режима работы датчика в составе автогенераторной схемы возбуждения. Проанализированы характеристики датчика в условиях сканирования и измерений методом силовой спектроскопии. Проведена проверка работоспособности и определены основные характеристики нового датчика.

DOI: 10.7868/S0032816213050042

### ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время в научных и технологических приложениях все большее распространение получают приборы, предназначенные для контроля различных свойств поверхности на субмикронном и нанометровом масштабе. К ним относятся сканирующие зондовые микроскопы (с.з.м.), нанотвердомеры и трибометры. Существует класс приборов, совмещающих функции визуализации рельефа поверхности путем сканирования и измерения механических свойств материала контактными методами, — сканирующие нанотвердомеры.

Данная статья посвящена разработке и изучению параметров конструкции зондового датчика для приборов, являющихся развитием модельного ряда сканирующих нанотвердомеров серии НаноСкан [1].

### КОНСТРУКЦИЯ ДАТЧИКА

В описанных ранее приборах [1] применяются зонды, представляющие собой консольную балку в виде камертона [2], на одной из ветвей которого закреплен алмазный наконечник-индентор (рис. 1). Ветви камертона изготовлены из пьезокерамических биморфных пластин и закреплены на металлической ножке. Зонд работает в двух режимах — статическом и динамическом.

В динамическом режиме камертон выполняет функцию пьезорезонатора, включенного в автогенераторную схему. При этом сигнал возбуждения подается на ветвь с индентором, а информационный — снимается с другой (свободной) ветви камертона. Такое включение используется для сканирования поверхности в режиме с.з.м. с целью получения информации о ее геометрических параметрах и механической структуре. Контакт с поверхностью контролируется по изменению одного из параметров: амплитуды или частоты колебаний зонда. В процессе сканирования значе-

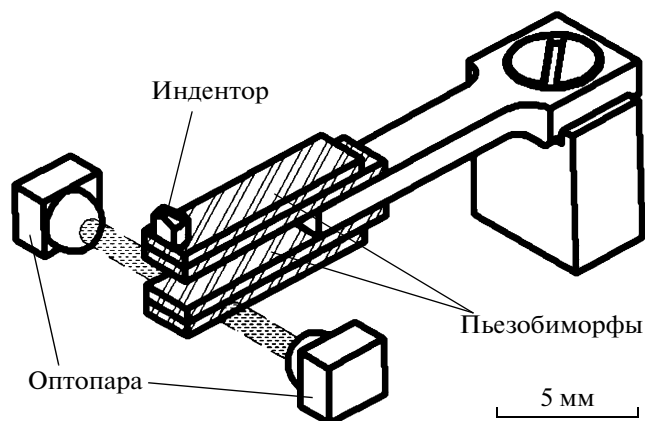


Рис. 1. Схема камертонного зондового датчика.

ние данного параметра поддерживается постоянным с помощью системы обратной связи. При этом в режиме постоянной частоты сканируется поверхность образца, обеспечивающая упругий контакт с острием наконечника, в то время как режим постоянной амплитуды дает изображение поверхностей с постоянным уровнем потерь (вязких свойств).

В динамическом режиме существует также возможность измерения локальных механических свойств поверхности методом силовой спектроскопии, при котором колеблющийся зонд внедряется в поверхность и измеряются зависимости параметров колебаний от глубины или силы внедрения. Данный метод позволяет проводить количественные измерения модуля упругости Юнга исследуемого образца [3].

В режиме статического отгиба смещение веток камертона измеряется оптическим датчиком — диодной оптопарой, световой поток которой перекрывается свободной ветвью зонда (см. рис. 1). Это дает возможность измерять силу, приложенную к индентору, а также учитывать прогиб зонда при расчете глубины внедрения индентора в поверхность. Такая конструкция зонда позволила реализовать метод измерительного индентирования [4] и создать прибор, поддерживающий целый ряд уникальных методик исследований, выполняемых в рамках единой измерительной системы одним и тем же алмазным индентором [5].

В то же время значительный опыт работы с данным устройством позволил выявить ряд его конструктивных особенностей и недостатков, ограничивающих возможности его применения и ухудшающих метрологические характеристики прибора в целом.

В частности, использование зонда консольной конструкции приводит к тому, что при вертикальном нагружении происходит изгиб веточек и ножки камертона, что является причиной латерального смещения острия индентора. Для компенсации этого паразитного эффекта осуществляется программная корректировка траектории движения индентирующего острия путем горизонтального смещения зонда сканером [2]. Использование зондов гибридной конструкции — с металлической ножкой и пьезокерамическими веточками — приводит к увеличению разного рода термодрейфов и гистерезисных явлений. Для устранения перечисленных недостатков и улучшения метрологических характеристик прибора, а также для расширения его измерительных возможностей с сохранением универсальности был разработан датчик новой конструкции (рис. 2).

Разработанный датчик представляет собой П-образный упругий элемент с возможностью деформирования (изгиба) как в вертикальной плоскости — при прикладывании нормальной нагрузки, так и в горизонтальной — под действием

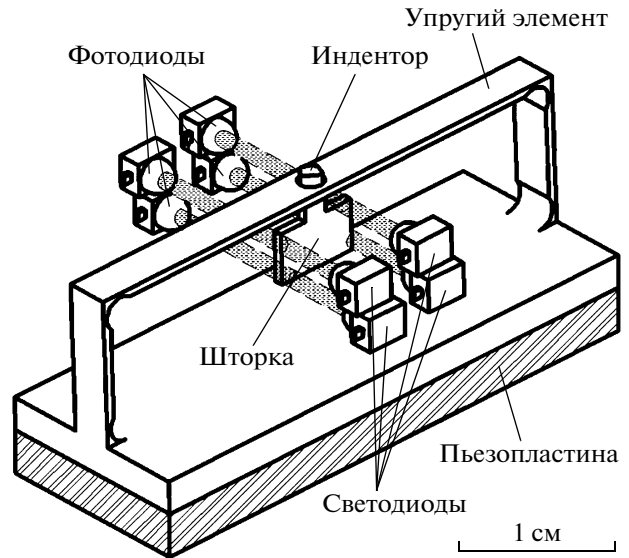


Рис. 2. Схема зондового датчика новой модификации.

тангенциальной силы. Индентор крепится в центре горизонтальной перекладины упругого элемента. Для контроля вертикальной и горизонтальной деформации используются оптические пары, состоящие из миниатюрных свето- и фотодиодов инфракрасного диапазона. Для контроля перемещения по каждой оси используются по две оптопары, включенных дифференциально. Световые потоки оптопар перекрываются шторкой специальной формы. Для реализации динамического режима работы в основание датчика крепится пьезопластина, с помощью которой возбуждаются резонансные колебания горизонтальной перекладины упругого элемента. Для возбуждения колебаний зонда по аналогии с камертонным датчиком используется автогенераторная схема, на вход которой подается сигнал “вертикальной” оптопары, а выход подключен к пьезопластине, колеблющей датчик.

Переход к цельнометаллической конструкции, не содержащей паяных сочленений и пьезокерамических элементов, позволил минимизировать гистерезисные явления и влияние флуктуаций температуры. При сохранении функциональных возможностей, характерных для сканирующих нанотвердомеров, новый зонд содержит в своем составе дополнительный датчик боковой силы, позволяющий проводить количественные трибологические измерения.

Зонд новой конструкции отличается от пьезокерамического камертонного датчика подвижной массой, динамической жесткостью и резонансной частотой. Экземпляр зонда, на котором проводилась экспериментальная проверка, имел динамическую жесткость в 3 раза меньше, а подвижную массу

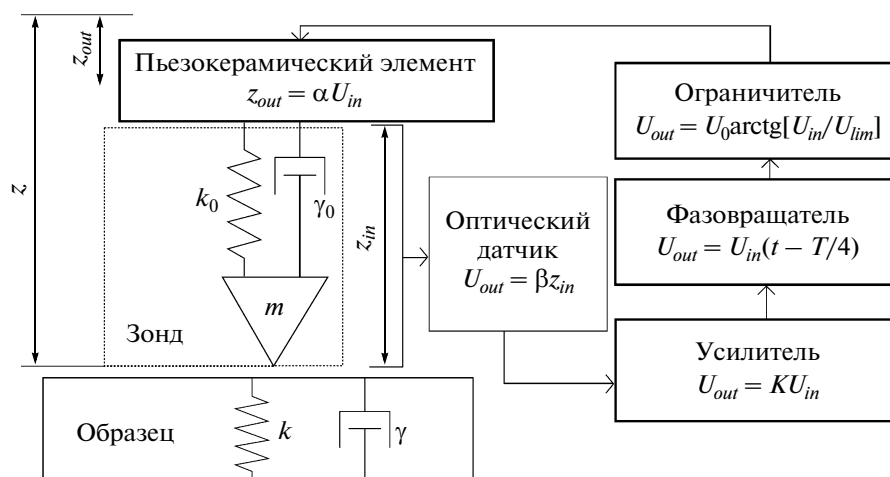


Рис. 3. Блок-схема тракта автогенератора, предназначенного для контроля амплитуды и частоты установившихся колебаний острия зонда.

в 30 раз больше, чем у камертонного зонда. Соответственно его резонансная частота оказалась почти в 10 раз ниже, чем у камертона (1.5 кГц и 11 кГц соответственно). На первый взгляд, имеет место ухудшение динамических характеристик нового зонда по сравнению с камертонной конструкцией (см. рис. 1). Однако в этом случае необходимо учитывать эффект инерционности камертона, когда при воздействии на одну веточку перестройка колебаний второй происходит с некоторой задержкой. Кроме того, для камертонных зондов жесткость ножки на порядок меньше жесткости веточек, а резонансная частота колебаний датчика в целом находится в диапазоне 1–2 кГц.

Испытанный экземпляр зонда нового типа был изготовлен из латуни, имел резонансную частоту 1.5 кГц, жесткость в направлении индентирования составляла 36 кН/м, а в направлении царапания – 50 кН/м, шумы оптических датчиков вертикального и горизонтального смещения были на уровне 1 нм в полосе регистрации 0.1 кГц.

Одним из способов повышения резонансной частоты зонда является использование для его изготовления материалов с большим значением модуля Юнга и меньшей плотностью, например из титана или алюминия.

Новая конструкция датчика позволила существенно расширить диапазон рабочих нагрузок при индентировании и царапании за счет возможности изготовления упругих элементов различной толщины. Кроме того, существенно улучшены такие времязависимые паразитные эффекты, как ползучесть и температурные дрейфы. Ниже приведено теоретическое описание основных режимов работы датчика новой конструкции и представлены результаты испытаний сканирующего нанотвердомера, оснащенного датчиками нового типа.

### ФИЗИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ АВТОГЕНЕРАТОРА НА ОСНОВЕ РЕЗОНАНСНОГО ДАТЧИКА НОВОЙ КОНСТРУКЦИИ

Рассмотрим поведение описываемого датчика в случае свободных колебаний и контакта с поверхностью. Тракт возбуждения незатухающих колебаний состоит из оптической пары, регистрирующей прогиб зонда, усилителя электрического сигнала, фазовращателя, ограничителя и пьезокерамического элемента, возбуждающего колебания зонда. Зонд в данном случае можно рассматривать как систему с сосредоточенными параметрами: грузом массой  $m$ , пружиной жесткостью  $k_0$  и коэффициентом демпфирования  $\gamma_0$  (эффективной вязкостью) (рис. 3). Для описания вязкоупругих свойств области контакта [6] использована модель, представленная на рис. 3 для образца, согласно которой скорость внедрения зонда в образец связана с силой взаимодействия с помощью коэффициентов демпфирования  $\gamma$  и жесткости  $k$ . На блок-схеме (рис. 3) для каждого элемента приведены соотношения между входными (с индексом  $in$ ) и выходными (с индексом  $out$ ) параметрами. Параметром  $\alpha$  обозначен коэффициент электромеханической связи между напряжением, подаваемым на пьезокерамический элемент, и его перемещением;  $\beta$  – чувствительность оптического датчика;  $K$  – коэффициент усиления;  $U_{lim}$  и  $U_0$  – коэффициенты, определяющие уровень ограничения и выходного сигнала ограничителя;  $T = 2\pi/\omega$  – период колебаний квазигармонического сигнала, поступающего на вход фазовращателя.

Будем рассматривать только осциллирующие составляющие перемещений. Для всех элементов смещения, направленные вдоль оси  $z$ , будем отсчитывать от их положения равновесия. Последовательно приравнивая выходной сигнал одного

элемента к входному сигналу следующего, можно получить итоговую систему уравнений:

$$\begin{cases} m\ddot{z} + \gamma\dot{z} + \gamma_0\dot{z}_{in} + k_0z_{in} + kz = 0; \\ z_{in}(t) = z(t) - \alpha U_0 \operatorname{arctg} \left[ \frac{K\beta z_{in}(t - T/4)}{U_{lim}} \right]. \end{cases} \quad (1)$$

Путем исключения переменной  $z(t)$  можно получить нелинейное дифференциальное уравнение для переменной  $z_{in}(t)$ , решение которого будем искать в квазигармоническом виде. Это допустимо при выполнении условия

$$K\beta|z_{in}| \ll U_{lim}. \quad (2)$$

В этом случае смещение  $z_{in}$  можно представить в виде

$$z_{in}(t) = A(t) \cos(\omega_r t + \varphi(t)), \quad (3)$$

где  $A(t)$  и  $\varphi(t)$  – соответственно амплитуда и фаза колебаний, мало изменяющиеся за время одного периода, а  $\omega_r$  – текущее значение частоты колебаний.

Решение получившегося нелинейного уравнения можно найти методом усреднения Ван дер Поля [7]. Введем обозначения:

$$\begin{aligned} \omega^2 &= \frac{k}{m}, \quad \omega_0^2 = \frac{k_0}{m}, \quad U_{eff} = U_0 \alpha \beta K, \\ r &= \sqrt{U_{lim}^2 + A^2 \beta^2 K^2}, \quad Q_0 = \frac{m\omega_0}{\gamma_0}, \quad Q = \frac{m\omega}{\gamma}. \end{aligned} \quad (4)$$

Тогда укороченные уравнения, описывающие изменение амплитуды и фазы колебаний, можно записать в виде:

$$\begin{cases} -\frac{2U_{eff}\omega}{(U_{lim} + r)Q\omega_r} + \frac{\omega^2}{\omega_r^2} + \frac{\omega_0^2}{\omega_r^2} - 1 - \\ -\frac{2}{\omega_r} \left( \frac{U_{eff}r'}{r^2 - U_{lim}^2} - \varphi' \right) = 0; \\ \frac{\omega}{Q} + \frac{\omega_0}{Q_0} + 2 \frac{U_{eff}(\omega^2 - \omega_r^2)}{(U_{lim} + r)\omega_r} + \\ + 2 \left( \frac{rr'}{r^2 - U_{lim}^2} - \frac{U_{eff}\varphi'}{r} \right) = 0. \end{cases} \quad (5)$$

Далее рассмотрим решение уравнений (5) в стационарном случае и проанализируем динамику поведения датчика, находящегося в слабом контакте с поверхностью ( $\omega \ll \omega_0$ ;  $Q\omega/\omega_0 \ll Q_0$ ;  $Q_0\omega/\omega_0 \ll Q$ ), для сильного ( $r \gg U_{lim}$ ) и слабого ( $r \geq U_{lim}$ ) уровней возбуждения зонда. При всех упрощениях полагаем, что  $Q_0 \gg 1$ ,  $Q \gg 1$ .

Стационарное решение для частоты имеет следующий вид

$$\omega_r^2 = \omega^2 + \frac{\omega_0^2}{2} - \frac{\omega^2}{2QQ^*} + \frac{\omega^2}{2} \sqrt{\left( \frac{\omega_0^2}{\omega^2} - \frac{1}{QQ^*} \right)^2 - \frac{4}{QQ^*}}, \quad (6)$$

где  $\frac{1}{Q^*} = \frac{1}{Q} + \frac{1}{Q_0} \frac{\omega_0}{\omega}$ .

Из уравнения (6) видно, что привносимые потери влияют не только на амплитуду установившихся колебаний, но и на их частоту. Этот частотный сдвиг определяется параметром  $1/QQ^*$ . Для работы в режиме сканирования и на начальном участке кривых подвода, в силу сделанных предположений, верно  $QQ^* \gg 1$ . В этом случае сдвиг частоты задается выражением

$$\omega_r^2 = \omega^2 + \omega_0^2. \quad (7)$$

Стационарное решение для  $r$  имеет вид

$$r = 2Q_0U_{eff} \frac{Q}{Q_0\omega + Q\omega_0} \frac{\omega_r^2 - \omega^2}{\omega_r} - U_{lim}. \quad (8)$$

Из равенства (8), выражения (4) для определения переменной  $r$  и условия  $A > 0$  следует, что условие начала автогенерации может быть записано в виде

$$Q_0U_{eff} \frac{Q}{Q_0\omega + Q\omega_0} \frac{\omega_r^2 - \omega^2}{\omega_r} > U_{lim}. \quad (9)$$

Поскольку начальный момент времени может быть выбран произвольным, то, не нарушая общности, можно положить  $\varphi = 0$ , тогда

$$z(t) = A \cos(\omega_r t) + \alpha U_0 \operatorname{arctg} \left[ \frac{K\beta A}{U_{lim}} \sin(\omega_r t) \right]. \quad (10)$$

В случае большого усиления в тракте автогенератора имеет место равенство

$$r = 2Q_0U_{eff}. \quad (11)$$

Из данного равенства и указанных выше предположений следует:

$$A = 2Q_0U_0\alpha; \quad (12)$$

$$z(t) = 2Q_0U_0\alpha \cos(\omega_r t) + \alpha U_0 \frac{\pi}{2} \operatorname{sign}[\sin(\omega_r t)]. \quad (13)$$

Таким образом, абсолютное движение зонда можно считать почти гармоническим колебанием с амплитудой  $A = 2Q_0U_0\alpha$ , за исключением промежутков времени, в которые происходит перескок пьезопластины, возбуждающей колебания, из одного крайнего положения в другое. В случае минимально необходимого для автогенерации суммарного усиления в тракте возникают почти свободные колебания зонда:

$$z(t) = A \left( \cos(\omega_r t) + \frac{U_{eff}}{U_{lim}} \sin(\omega_r t) \right); \quad (14)$$

$$A = \frac{\sqrt{2U_{lim}}}{\beta K} \sqrt{Q_0U_{eff} - U_{lim}}, \quad (15)$$

т.е. как абсолютное, так и относительное движение зонда являются гармоническими колебаниями с практически равными амплитудами.

Полученные аналитические зависимости позволяют качественно проанализировать влияние параметров автогенераторной цепи, а также привнесенной жесткости и потерь на изменение амплитуды и частоты установившихся колебаний.

Рассмотрим переходные процессы по амплитуде и фазе. Начнем со случая колебаний почти сво-

бодного зонда при сильном возбуждении. Предположим, что амплитуда была незначительно изменена на величину  $dA$ , а резонансная частота  $\omega_r$  — на величину  $d\omega_r$ . Тогда, учитывая, что в силу указанных выше условий  $r \approx K\beta A$ , получаем  $r'_i \approx A'_i$ . При таких предположениях

$$\begin{cases} \frac{A'}{dA} = -\frac{\omega_0}{2Q_0} \left( 1 - \frac{U_{lim}}{2Q_0 U_{eff}} \right) - \frac{\omega}{2Q}, \\ \varphi' = -d\omega_r. \end{cases} \quad (16)$$

Таким образом, скорость перестройки амплитуды определяется классическим выражением для линейной колебательной системы, а фаза меняется со временем линейно.

Рассмотрим колебания почти свободного зонда в состоянии слабого возбуждения. Пусть зонд уже имеет приращение по амплитуде  $dA$ . В таком случае укороченные уравнения, описывающие изменение амплитуды и фазы, могут быть записаны в виде:

$$\begin{cases} \frac{A'}{dA} = -\frac{\omega_0}{2Q_0} \left( 1 - \frac{Q_0 U_{eff} \omega_0}{U_{lim} \omega_r} + \frac{Q_0 \omega}{Q_0 \omega_0} \right); \\ \varphi' = -d\omega_r. \end{cases} \quad (17)$$

Данные уравнения показывают, что при петлевом усилении, близком к пороговому уровню, при котором начинается генерация ( $U_{lim} \sim Q_0 U_{eff}$ ), изменения амплитуды колебаний происходят намного медленнее, чем в случае большого петлевого усиления в тракте автогенератора.

Таким образом, в случае колебаний слабо демпфированного зонда скорость перестройки амплитуды в состоянии сильного возбуждения больше, чем в состоянии слабого возбуждения. Для увеличения быстродействия при повышении скорости сканирования с обратной связью по каналу амплитуды следует устанавливать максимальное усиление в автогенераторном тракте и использовать зонды с минимальной добротностью. Кроме того, подтверждается известный факт [8, 9], что скорость изменения амплитуды увеличивается с уменьшением добротности колебательной системы.

Рассчитанная скорость изменения фазы в обоих случаях не зависит от времени, параметров возбуждения и величины потерь и составляет  $-d\omega_r$ , что в рамках данной модели означает мгновенное изменение частоты колебаний и мгновенную реакцию автогенераторной схемы на изменение контактной жесткости. Данное обстоятельство известно [8], и, несмотря на то что время реагирования частотного канала конечно и определяется параметрами электрических цепей детектора и полосового фильтра, для зонда в составе автогенераторной схемы следует ожидать большую скорость изменения частоты колебаний при изменении контактной жесткости и меньшую скорость изменения амплитуды в случае вариации привносимых потерь.

Мгновенное реагирование частоты колебаний на привнесенную контактную жесткость заставляет предъявлять определенные требования к возможным схемотехническим решениям и частотному детектору, используемому в автогенераторном тракте сканирующего нанотвердомера. Оптимальным с точки зрения шумов и быстродействия прибора в целом является подход, при котором частота генерируемых колебаний определяется посредством измерения периода колебаний.

### РАСЧЕТ КОНТАКТНОГО ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ЗОНДА С ПОВЕРХНОСТЬЮ

В основе большинства используемых сегодня моделей [10], описывающих силы контактного взаимодействия зонда с поверхностью образца, лежит модель взаимодействия упругих тел, предложенная Герцем [11]. Эта модель используется в основе метода силовой спектроскопии, позволяющего определить эффективное значение модуля упругости (Юнга) на участке упругой деформации [3].

Для оценки пространственного разрешения, которое может быть достигнуто при сканировании поверхности разработанным зондом, необходимо определить силу взаимодействия наконечника с поверхностью и деформацию в области контакта. Для большинства задач предпочтительным режимом при сканировании является поддержание постоянного сдвига частоты. Рассчитаем зависимость между величиной сдвига  $\Delta f$  и силой воздействия зонда на поверхность в области контакта.

Обозначим через  $A_0$  и  $z_0$  амплитуду колебаний зонда и расстояние от положения равновесия зонда до образца соответственно. Согласно [12], сдвиг собственной частоты колебаний в случае слабого и кратковременного контакта острия зонда с поверхностью, т.е. когда  $A_0 \sim z_0$ , может быть записан в виде

$$\Delta f = \frac{f_0}{kA_0^{3/2}} \frac{E^* \sqrt{R_{tip}}}{2\sqrt{2}} (A_0 - z_0)^2, \quad (18)$$

где  $k$  — динамическая жесткость зонда;  $A_0$  — амплитуда колебаний зонда;  $R_{tip}$  — радиус кривизны кончика иглы зонда;  $E^* = \left( \frac{1 - \sigma_1^2}{E_1} + \frac{1 - \sigma_2^2}{E_2} \right)^{-1}$  — эффективное значения модуля Юнга, выраженное через коэффициент Пуассона  $\sigma$  и модуль Юнга для образца  $E_1$  и индентора  $E_2$ .

Вывод данной формулы сделан в предположении взаимодействия зонда и образца в соответствии с моделью Герца [11]. Согласно этой модели, наибольшее давление  $p$  на поверхности контактирующих сферических тел достигается в точке кон-

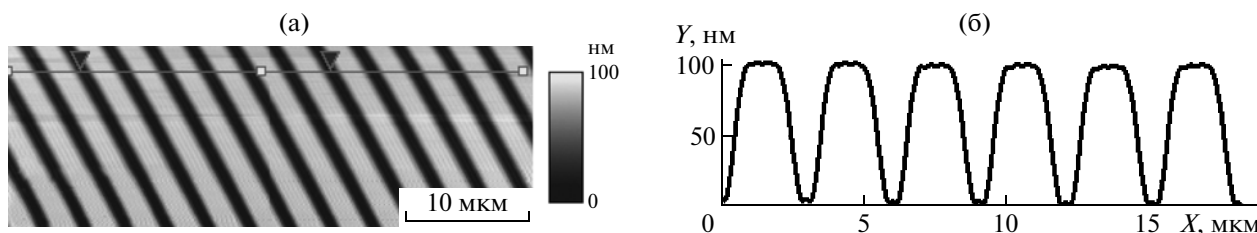


Рис. 4. Изображение рельефа тестовой структуры (а) и соответствующий фрагмент профиля сечения (б).

такта на оси симметрии. Величина давления определяется суммарной деформацией образца и индентора  $A_0 - z_0$  и может быть определена как

$$p = \frac{2E^*}{\pi} \sqrt{\frac{A_0 - z_0}{R_{tip}}}. \quad (19)$$

Для неразрушающего сканирования образца необходимо, чтобы давление на образец не превышало твердости материала:  $p < H$ . Из данного неравенства можно получить условие на допустимый сдвиг частоты при неразрушающем сканировании образца:

$$\frac{\Delta f}{f_0} < \frac{1}{32\sqrt{2}} \frac{\pi R_{tip}^2 H}{k A_0} \left(\frac{R_{tip}}{A_0}\right)^{1/2} \left(\frac{H}{E^*}\right)^3. \quad (20)$$

Для оценки примем следующие типичные параметры зонда с алмазным индентором при сканировании плавленого кварца:  $R_{tip} = 150$  нм,  $k = 40$  кН/м,  $E_1 = 73$  ГПа,  $\sigma_1 = 0.17$ ,  $E_2 = 1143$  ГПа,  $\sigma_2 = 0.07$ ,  $H = 9.5$  ГПа,  $A_0 = 5$  нм. Получим

$$\Delta f/f_0 < 10^{-3}. \quad (21)$$

Для типичной резонансной частоты  $f_0 = 1.5$  кГц. Это означает, что сканирование со сдвигом частоты до 1.5 Гц не будет приводить к разрушению образца. Модель Герца [11] совместно с уравнением (18) позволяет связать контактный радиус со сдвигом частоты:

$$a = \left(2\sqrt{2} \frac{\Delta f}{f_0} \frac{k(R_{tip} A)^{3/2}}{E^*}\right)^{1/4}. \quad (22)$$

В соответствии с этим выражением и с учетом указанных выше значений переменных получим  $a \sim 12$  нм для сдвига частоты 1 Гц. Таким образом, использование зондов с указанными параметрами позволяет проводить неразрушающие измерения топографии поверхности с нанометровым разрешением.

Приведенные зависимости верны для тех материалов, потенциальные силы взаимодействия с которыми являются преимущественно упругими и могут быть описаны в рамках модели Герца. Естественно, что для нелинейных, неанізотропных или проявляющих неоднородность в близких к контакту областях образцов данные зависимости перестают быть верными и, исходя из свойств образцов, могут быть лишь оценочными.

Аналогичная оценка допустимых сдвигов частот при неразрушающем сканировании полиметилметакрилата (ПММА) ( $E_1 = 5$  ГПа,  $\sigma_1 = 0.4$ ,  $H = 0.4$  ГПа) и сапфира ( $E_1 = 415$  ГПа,  $\sigma_1 = 0.3$ ,  $H = 23$  ГПа) для резонансной частоты зонда 1.5 кГц дает значения порядка 8 мГц и 0.8 Гц соответственно. Таким образом, обеспечение неразрушающего сканирования накладывает условие на регистрируемую частоту. С учетом характерного уровня частотных шумов автогенератора минимальный контролируемый сдвиг частоты автогенерации при сканировании составляет порядка 0.2 Гц. Из этого следует, что неразрушающее сканирование для испытанного зонда при радиусе кривизны острия индентора 150 нм возможно для веществ с  $(H^3/E^3)H > 3$  МПа. К таким образцам относятся твердые и сверхтвердые материалы.

### ПРИМЕРЫ ИЗМЕРЕНИЙ

Пример изображения линейной периодической меры TGZ02 с шагом 3 мкм и высотой ступенек 100 нм, полученного с помощью зонда новой конструкции в динамическом режиме с.з.м., приведен на рис. 4. При работе в режиме сканирования не было обнаружено каких-либо кардинальных отличий в поведении нового зонда по сравнению с зондом старой конструкции (рис. 1).

При работе в режиме измерительного индентирования новый датчик продемонстрировал порядок меньшие уровни гистерезиса и термодрейфа. На рис. 5 приведены примеры кривых нагружение–разгрузка, измеренных камертонным (серая линия) и новым цельнометаллическим (черная линия) датчиками на одном и том же материале (плавленом кварце). После стадии нагружения зонд выдерживался при максимальной нагрузке в течение 30 с, после чего следовал этап разгрузки до отрыва наконечника от поверхности. Следует отметить, что при измерении новым датчиком не проводилось каких-либо корректирующих смещений в плоскости образца. Как видно из рисунка (см. врезку), при достаточно больших нагрузках на графике, полученном с помощью камертонного зонда, виден горизонтальный отрезок длиной 10 нм, соответствующий выдержке при максимальной нагрузке. Наличие

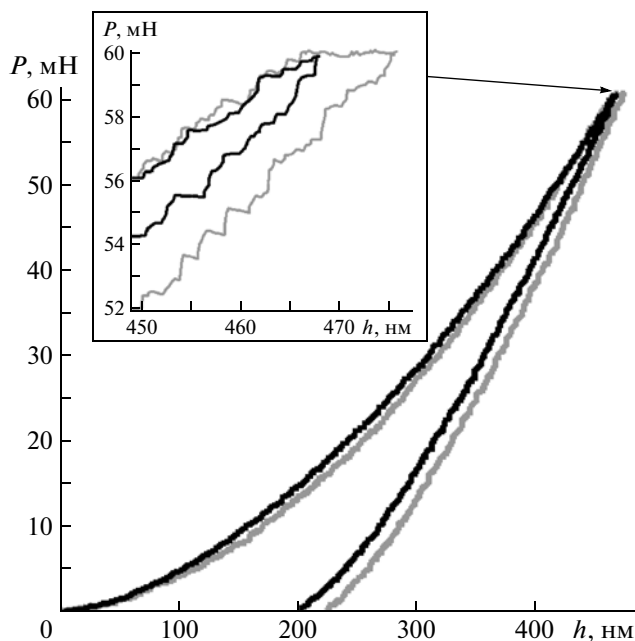


Рис. 5. Экспериментальные кривые нагружения–разгрузки, полученные с использованием камертонного (серая линия) и нового цельнометаллического (черная линия) датчиков.

этого отрезка является паразитным эффектом ползучести керамических элементов датчика. В случае цельнометаллического зонда этот эффект полностью отсутствует.

Наличие дополнительного датчика боковой нагрузки позволяет использовать описываемый зонд в области трибологических испытаний. Одним из наиболее широко распространенных способов таких измерений является нанесение царапин с одновременной регистрацией латеральной силы, действующей на наконечник, и последующим расчетом коэффициента трения как отношения латеральной нагрузки к нормальной. Рис. 6 иллюстрирует получаемый при этом результат на примере образца тонкой алмазоподобной углеродной пленки на подложке из монокристаллического кремния. Зависимость регистрируемого значения коэффициента трения  $\mu$  от времени в процессе нанесения царапины (рис. 6б) позволяет определить момент отслоения пленки от подложки по скачкообразному изменению коэффициента трения. Изображение рельефа поверхности в области отслоения пленки (рис. 6а) позволяет наглядно наблюдать данный эффект и при необходимости проводить прямое измерение толщины покрытия.

Другим важным режимом трибологических испытаний является многоцикловое истирание, при котором наконечник проходит по одной и той же траектории на поверхности образца с поддерживаемой постоянной нормальной нагрузкой. При этом регистрируется нормальное смещение наконечника  $Z$  и действующая на него латеральная нагрузка  $F_x$  в зависимости от времени испытания. Примеры получаемых при таких измерениях

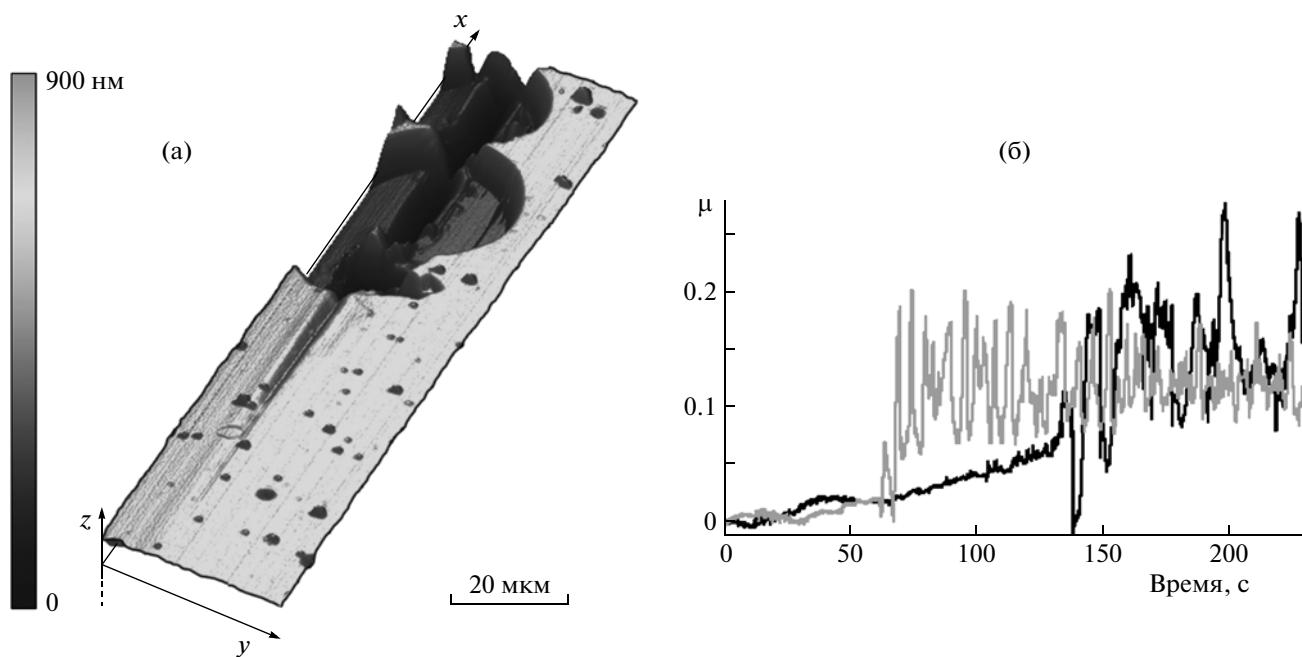
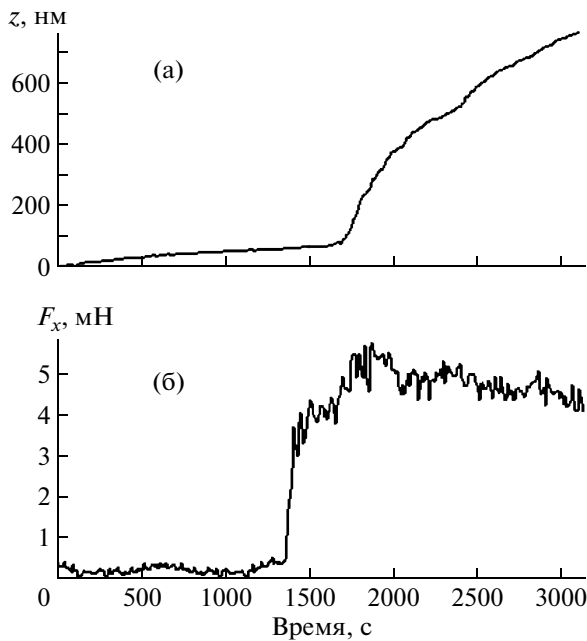


Рис. 6. Результаты испытаний алмазоподобных углеродных пленок на кремниевой подложке методом царапания с переменной нагрузкой: а – изображение рельефа в области отслоения покрытия; б – изменение коэффициента трения со временем для пленок толщиной 500 нм (серая линия) и 1000 нм (черная линия).



**Рис. 7.** Диаграммы изнашивания при многоцикловом истирании покрытия: **а** – нормальное смещение наконечника в зависимости от времени испытаний; **б** – изменение латеральной силы в зависимости от времени испытаний.

диаграмм изнашивания приведены на рис. 7. Согласно рисунку, сигнал латеральной силы более чувствителен к начальному этапу отслоения покрытия: скачок модуля значения  $F_x$  наблюдается за 400 с до “проваливания” наконечника в зоне отрыва пленки.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведенный теоретический анализ и предварительное экспериментальное исследование цельнометаллического резонансного датчика новой конструкции показали перспективность его использования. Предложенную конструкцию датчика целесообразно применять в случаях, когда визуализация исследуемой поверхности до и после механических и трибологических испытаний важна для повышения достоверности и информативности проводимых измерений. Основным выводом из теоретического анализа является заключение о потенциальной возможности реализации быстрого режима сканирования на основе автогенераторной схемы. При этом в качестве сигнала,

величина которого поддерживается постоянной в процессе сканирования, должна быть выбрана мгновенная частота автогенератора, использующего резонансный зонд в качестве частото задающего элемента.

Важной особенностью датчика новой конструкции является возможность измерения латеральных сил, возникающих в процессе склерометрических измерений и испытаний материалов на износ трением. Полученные в ходе данного исследования результаты говорят о возможности существенного расширения спектра измерительных методик, реализуемых с помощью единого датчика, а также об улучшении метрологических характеристик приборов, относящихся к классу сканирующих нанотвердомеров.

Авторы выражают искреннюю благодарность В.В. Мещерякову за разработку электронных схем управления прибором.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Гоголинский К.В., Львова Н.А., Усеинов А.С. // Заводская лаборатория. 2007. Т. 73. № 6. С. 28.
2. Баранова Е.О., Круглов Е.В., Решетов В.Н., Гоголинский К.В. // Датчики и системы. 2010. Т. 130. № 3. С. 49.
3. Усеинов А.С. // ПТЭ. 2004. № 1. С. 134.
4. Международный стандарт ISO 14577:2002. Материалы металлические. Определение твердости и других параметров материалов инструментальным методом вдавливания. Ч. 1–4. 2007; [http://www.iso.org/iso/catalogue\\_detail.htm?csnumber=30543](http://www.iso.org/iso/catalogue_detail.htm?csnumber=30543)
5. Гоголинский К.В., Решетов В.Н., Усеинов А.С. // Измер. техника. 2011. № 7. С. 28.
6. Reddy J.N. An introduction to continuum mechanics: with applications. N.Y.: Cambridge University Press, 2008.
7. Анищенко В.С., Астахов В.В., Вадивасова Т.Е. Регулярные и хаотические автоколебания. Синхронизация и влияние флуктуаций. М.: Изд-во Интеллект, 2009.
8. Albrecht T.R., Grutter P., Horne D., Rugar D. // Journal of Applied Physics. 1991. V. 69. Issue 2. P. 668.
9. Giessibl F.J. // Appl. Phys. Lett. 1998. V. 73. Issue 26. P. 3956.
10. Applied scanning probe methods V: scanning probe microscopy techniques / Ed. by B. Bhushan et al. Berlin, Heidelberg: Springer, 2007.
11. Ландау Л.Д., Лифшиц Е.М. Теоретическая физика: Теория упругости. Т. 7. М.: Наука, 1987.
12. Bielefeldt H., Giessibl F.J. // Surface Science. 1999. V. 440. Issue 3. P. L863.